

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-061134

(43)Date of publication of application : 05.03.1999

(51)Int.CI.

C09K 21/08
D06M 13/08
D06M 13/17
D06M 15/53
// D06M101:32

(21)Application number : 09-228841

(71)Applicant : TORAY IND INC
DAIKYO KAGAKU KK

(22)Date of filing : 11.08.1997

(72)Inventor : TABATA JIRO
KANETANI TOSHIHARU
SAITO KOICHI
IWAKI TERUFUMI
SANTO MASANORI

(54) FLAMEPROOFING PROCESSING AGENT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a flameproofing processing agent exhibiting flameproofing property in synthetic fibers, films or the like and capable of providing multifunctional raw materials without causing deterioration and loss even when antimicrobial property, deodorizing property and water repellency or the like are imparted thereto by including an alicyclic halogen compound, a dispersing agent and an exhaustion-improving agent.

SOLUTION: This flameproofing agent is obtained by including therein preferably 5-70 wt.% alicyclic halogen compound (e.g. 1,2,3,4,5,6-hexabromocyclo- hexane) and a dispersing agent of the formula H(AO)_mOR [R is phenyl, biphenyl, an arylphenyl or the like; AO is an alkylene oxide; (m) is 1-30], preferably in an amount of 1-60 wt.% and an exhaustion-improving agent represented by the formula H(AO)_nOQ [Q is a halogen substituent of R; (n) is 1-30], preferably in an amount of 1-60 wt.%. When a polyester-based fiber is subjected to flameproofing treatment by using this flameproofing processing agent, the treatment is carried out, preferably in a bath heated at 120-140° C for 10-60 min.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 21.04.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-61134

(43)公開日 平成11年(1999)3月5日

(51)Int.Cl.⁶
C 09 K 21/08
D 06 M 13/08
13/17
15/53
// D 06 M 101:32

識別記号

F I
C 09 K 21/08
D 06 M 13/08
13/17
15/53

審査請求 未請求 請求項の数3 FD (全6頁)

(21)出願番号

特願平9-228841

(22)出願日

平成9年(1997)8月11日

(71)出願人 000003159

東レ株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

(71)出願人 592092032

大京化学株式会社

京都府京都市中京区西ノ京内畠町1番地

(72)発明者 田畠 次郎

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(72)発明者 金谷 敏春

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(74)代理人 弁理士 伴 俊光

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 防炎加工剤

(57)【要約】

【課題】本発明は、他の機能薬剤、たとえば抗菌剤、防黴剤、消臭剤、撥水剤などの機能を阻害することなく、優れた防炎性能を発揮することができる上に、処理機器を汚染することもない優れた防炎加工剤を提供せんとするものである。

【解決手段】本発明の防炎加工剤は、脂環族ハロゲン化合物、下記一般式〔1〕で示される分散剤ならびに下記一般式〔2〕で示される吸尽向上剤を含有することを特徴とするものである。

H (AO)_m OR_n … [1]

H (AO)_m OQ_n … [2]

式中、Rは、フェニル、ビフェニル、アリールフェニル、アルコキシフェニル、フェノキシフェニル、フェノールおよびそのアルキル化物であり、AOは、アルキレノキサイド、Qは、Rのハロゲン置換体であり、mおよびnは、それぞれ1～30の整数を示す。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 脂環族ハロゲン化合物、下記一般式〔1〕で示される分散剤ならびに下記一般式〔2〕で示される吸尽向上剤を含有することを特徴とする防炎加工剤。

H (AO)_m OR … [1]

H (AO)_n OQ … [2]

式中、Rは、フェニル、ビフェニル、アリールフェニル、アルコキシフェニル、フェノキシフェニル、フェノールおよびそのアルキル化物であり、AOは、アルキレンオキサイド、Qは、Rのハロゲン置換体であり、mおよびnは、それぞれ1～30の整数を示す。

【請求項2】 該脂環族ハロゲン化合物が、該防炎加工剤中に5～70重量%含有されている請求項1記載の防炎加工剤。

【請求項3】 該一般式〔1〕で示される分散剤ならびに該一般式〔2〕で示される吸尽向上剤が、該脂環族ハロゲン化合物に対して、それぞれ1～60重量%含有されている請求項1または2記載の防炎加工剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、洗濯耐久性に優れた防炎加工剤に関する。さらに詳しくは合成繊維、フィルムおよびそれらの混合素材に対して優れた防炎性を発揮するとともに、該防炎性は、さらに抗菌、防黴、消臭、撥水などの各種機能を付与しても、劣化または消失することなく、そのまま維持して、多機能素材を提供することができる優れた防炎加工剤に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 合成繊維材料の防炎加工方法として、臭素化シクロアルカンと分散剤を含む分散液によりポリエステル繊維構造物を処理する方法が特公昭53-8840号公報で提案されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、かかる方法による臭素化シクロアルカンの吸尽率は、極めて低く、防炎機能を十分に発揮することができないのが実状であり、これにさらに他の機能、すなわち抗菌、防黴、消臭、撥水などの各種機能を付与しようとすると、その防炎機能を大きく損ない、再度防炎加工をする必要があったものである。しかも、吸尽率が低いために、処理機器を著しく汚染する問題も含むものであった。

【0004】 本発明は、かかる従来技術の背景に鑑み、他の機能薬剤、たとえば抗菌剤、防黴剤、消臭剤、撥水剤などの機能を阻害することなく、優れた防炎性能を発揮することができる上に、処理機器を汚染することもない優れた防炎加工剤を提供せんとするものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明は、かかる課題を解決するために次のような手段を採用するものである。

すなわち、本発明の防炎加工剤は、脂環族ハロゲン化合物、下記一般式〔1〕で示される分散剤ならびに下記一般式〔2〕で示される吸尽向上剤を含有することを特徴とするものである。

H (AO)_m OR … [1]

H (AO)_n OQ … [2]

式中、Rは、フェニル、ビフェニル、アリールフェニル、アルコキシフェニル、フェノキシフェニル、フェノールおよびそのアルキル化物であり、AOは、アルキレンオキサイド、Qは、Rのハロゲン置換体であり、mおよびnは、それぞれ1～30の整数を示す。

【0006】

【発明の実施の形態】 本発明は、上述の課題、つまり、他の機能薬剤の機能を阻害することなく、防炎性能を発揮することができる上に、処理機器を汚染しない優れた防炎加工剤を提供するために、鋭意検討したところ、脂環族ハロゲン化合物に加えて、特定な分散剤と特定な吸尽向上剤とを同時に含有させてみたところ、意外にも、前記課題を一挙に解決することを発明したものである。

【0007】 すなわち、本発明は、防炎剤である脂環族ハロゲン化合物を、ポリエステル、カチオン可染ポリエステル、ナイロンなどの合成繊維や各種合成樹脂フィルム、さらにそれら繊維、フィルムおよび合成樹脂の組合せからなる複合材料などの種々の素材に高度に吸尽させることができる特殊な手段を採用する。すなわち、下記一般式〔1〕の特定な分散剤と、一般式〔2〕の特定な吸尽向上剤とを同時に含有させることによって、著しくその吸尽機能を改善させることに成功したものである。

H (AO)_m OR … [1]

H (AO)_n OQ … [2]

式中、Rは、フェニル、ビフェニル、アリールフェニル、アルコキシフェニル、フェノキシフェニル、フェノールおよびそのアルキル化物であり、AOは、アルキレンオキサイド、Qは、Rのハロゲン置換体であり、mおよびnは、それぞれ1～30の整数を示す。

【0008】 かかる一般式〔1〕で示される分散剤は、分散液の安定性を高めるものであり、その配合量は、脂環族ハロゲン化合物の量に対して、好ましくは1～60重量%、さらには1～10重量%である。

【0009】 また、かかる一般式〔2〕で示される吸尽向上剤は、脂環族ハロゲン化合物の吸尽率を高めるものであり、その配合量は、脂環族ハロゲン化合物の量に対して、好ましくは1～60重量%、さらに好ましくは1～10重量%である。

【0010】 かかる分散剤および吸尽性向上剤には、その性能を阻害しない範囲内において、分散助剤として活性剤や、貯蔵安定性を高める糊剤などを配合することができる。

【0011】 本発明で使用する防炎性薬剤である脂環族

ハロゲン化合物は、かかる特定な分散剤および特定な吸尽向上剤に対して、極めて特異な挙動を示す。すなわち、分散液での安定性に優れ、被処理物への吸尽性に優れ、もって処理機器を汚染することなく、かつ、他の機能薬剤、たとえば抗菌剤、防黴剤、消臭剤、撥水剤などの機能を阻害することなく、防炎性能を発揮するという挙動を示すものである。かかる挙動は、構造の極めて類似した化合物である一般式【1】と【2】で示される分散剤および吸尽向上剤の相乗効果によるものであり、本発明の特徴は、かかる特定薬剤の組合せが、防炎性薬剤である脂環族ハロゲン化合物の生地への吸尽性を著しく高めることを見出だした点にある。

【0012】かかる脂環族ハロゲン化合物としては、たとえば1, 2, 3, 4, 5, 6-ヘキサプロモシクロヘキサン、1, 2, 3, 4-テトラプロモシクロオクタン(TBCO)、1, 2, 5, 6, 9, 10-ヘキサプロモシクロドデカン(HBCD)、1, 2-ビス(3, 4-ジプロモシクロヘキシル)1, 2-ジプロモエタンなど、または、これらの化合物の塩素置換化合物などを使用することができる。かかる化合物のなかでもハロゲンが臭素置換体であるものが、該分散剤と吸尽向上剤による相乗効果を受けやすくて好ましい。

【0013】かかる脂環族ハロゲン化合物は、実用に際して乾式粉碎機や湿式粉碎機によって、微粒子化され、かつ、分散されるが、かかる微粒子の平均粒子径は、好ましくは0.02~10μm、さらに好ましくは0.2~1μmのものが、分散安定性の上から使用される。また、かかる脂環族ハロゲン化合物の配合量は、好ましくは5~70重量%の範囲で使用される。かかる脂環族ハロゲン化合物には、さらに三酸化アンチモンなどの防炎助剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤などを含有させることができる。

【0014】かくして得られる本発明の防炎加工剤は、さらに着色剤、抗菌剤、防黴剤、消臭剤、難燃剤および撥水剤などの各種機能付与剤を含有、配合させることができるし、さらに本発明の防炎加工剤を処理した後、これらの機能付与剤を付与することもできる。ここで重要なことは、本発明の防炎加工剤においては、かかるいずれの処理方法を採用しても、つまり、該防炎加工剤内に含有されていても、また、後処理で多機能を付与しても、どちらの場合も防炎性を低下または劣化させることなく、それぞれの機能を付与せしめ得るという効果を奏するところにある。

【0015】かかる防炎加工剤は、合成繊維、フィルムおよびそれらの混合素材に対して優れた防炎性を発揮するものである。かかる合成繊維としては、ポリエステル系繊維やポリアミド系繊維などの通常の合成樹脂からなる繊維、中でもポリエステル系繊維に優れた効果を奏するものである。フィルムとしては、上述繊維と同様な合成樹脂からなるフィルムに効果を発揮するが、この場合

も特にポリエステル系フィルムに優れた効果を奏する。また、複合素材としては、かかる繊維と樹脂との一般的な複合形態のものが全て含まれるものである。

【0016】以下、本発明の防炎加工剤を使用して繊維を処理する方法の一例について説明する。この場合の付与方法としては、浴中処理およびパッディング処理が好ましく採用される。

【0017】たとえば、ポリエステル系繊維を防炎化処理する場合、浴中処理では、好ましくは110~150℃、さらに好ましくは120~140℃の浴中で、10~60分間処理する。かかる浴中処理は、染色同時処理が好ましく採用される。特にポリエステル系繊維製品の染色の際の、分散染料による着色では、本発明の防炎加工剤との吸尽と相俟って、その着色機能を大幅に改善する効果を奏するので好ましい。次に、パッディング処理の場合、該防炎加工剤をパッドした後、熱処理する。かかる熱処理としては、乾熱処理および湿熱処理のいずれでもよい。湿熱処理では、常圧飽和スチーム、過熱スチーム、高圧スチームなどの蒸熱処理が好ましく採用される。かかる熱処理は、好ましくは110~210℃の温度で行なわれるが、さらに好ましくは170~210℃の乾熱処理が採用される。ここで行なわれる熱処理の温度は、高過ぎると繊維の黄化や脆化をもたらすので注意を要する。

【0018】

【実施例】以下、本発明を実施例によりさらに詳細に説明する。

実施例1

オクチルフェノールエチレンオキサイド9モル付加物を分散剤として、1, 2, 5, 6, 9, 10-ヘキサプロモシクロドデカン(以下HBCDという)を湿式粉碎機にかけて微粒化し分散した。この分散液のHBCDの平均粒径は、0.58μmであった。この分散液に、クロルフェニルエチレンオキサイド2モル付加物を均一混合して、防炎加工剤Aを製造した。

【0019】実施例2

オクチルフェノールエチレンオキサイド9モル付加物を分散剤として、実施例1と同じHBCDを湿式粉碎機にかけて微粒化し分散した。この分散液のHBCDの平均粒径は、0.46μmであった。この分散液に、クロルフェニルエチレンオキサイド6モル付加物を均一混合して、防炎加工剤Bを製造した。

【0020】比較例1

実施例1において、クロルフェニルエチレンオキサイド2モル付加物を混合しないで、オクチルフェノールエチレンオキサイド9モル付加物と、HBCDとを湿式粉碎機にかけて微粒化し分散して防炎加工剤Cを製造した。この分散液のHBCDの平均粒径は、0.67μmであった。

【0021】比較例2

実施例2において、クロルフェニルエチレンオキサイド6モル付加物とH B C Dとを湿式粉碎機にかけて微粒化し分散して防炎加工剤Dを製造した。この分散液のH B C Dの平均粒径は、0.46 μmであった。

【0022】比較例3

ポリオキシエチレン(9)ジスチレン化フェノールスルホコハク酸を分散剤として、H B C Dを湿式粉碎機にかけて微粒化し分散して防炎加工剤Dを製造した。この分散液のH B C Dの平均粒径は、0.72 μmであった。この分散液に、クロルフェニルエチレンオキサイド2モル付加物を均一混合して、防炎加工剤Eを製造した。

【0023】実施例3

実施例1～2、比較例1～3で製造した防炎加工剤A～Eを用いて、下記被処理布帛を染色同浴処理法により、それぞれ吸尽処理した。被処理布帛は、ポリエステルトロピカル(目付: 140 g/m²)、染浴は、分散染料3%owf、染料分散剤(アニオニン性分散剤0.5 g/l)を配合し、酢酸でpH 4.6～4.8に調整し、浴比1:30で、50℃から毎分2℃の昇温速度で130℃まで昇温し、その温度で60分間保持して、浴中処理した。その後、該染色浴は、60℃に降温し、洗浄、脱水し、ハイドロサルファイトナトリウム2 g/l、炭酸ナトリウム2 g/lの水溶液を用いて、浴比1:30、80℃で10分間還元洗浄し、再度洗浄し、乾燥した。以上の防炎加工剤の添加量、H B C Dの吸尽率、防炎性能評価結果を表1に示した。

【0024】

【表1】

項目	防炎加工剤 添加量 (%owf)	染色浴 浴比 (m)	吸尽率 (%)			防炎面積 (%)			防炎性 度(%)		
			初期	吸尽後	残じん (%)	初期	吸尽後	残じん (%)	初期	吸尽後	残じん (%)
防炎加工剤A	6	1:30 6.0.0	1.9.3	4.9	0	4.5	0	0	4.6	0	0
	1.0	1:30 6.0.0	2.6.7	4.5	0	4.2	0	0	4.3	0	0
	1.5	1:30 6.0.0	3.6.6	4.6	0	4.1	0	0	4.3	0	0
防炎加工剤B	6	1:30 6.0.0	1.9.1	4.9	0	4.4	0	0	4.7	0	0
	1.0	1:30 6.0.0	2.4.8	4.8	0	4.5	0	0	4.7	0	0
	1.5	1:30 6.0.0	2.9.5	4.8	0	4.4	0	0	5.0	0	0
防炎加工剤C	6	1:30 6.0.0	1.8.6	5.3	0	5.1	0	0	5.3	0	0
	1.0	1:30 6.0.0	1.9.1	5.1	0	4.9	0	0	4.9	0	0
	1.6	1:30 6.0.0	2.3.9	4.9	0	4.3	0	0	5.7	0	0
防炎加工剤D	6	1:30 6.0.0	1.4.7	6.0	0	4.9	0	0	5.2	0	0
	1.0	1:30 6.0.0	2.3.0	4.9	0	4.9	0	0	4.9	0	0
	1.5	1:30 6.0.0	2.6.3	4.8	0	4.7	0	0	5.3	0	0
防炎加工剤E	5	1:30 6.0.0	9.0.0	1.4.4	0	6.2	0	0	4.9	0	0
	1.0	1:30 6.0.0	1.8.9	5.3	0	6.2	0	0	5.9	0	0
	1.6	1:30 6.0.0	2.2.9	4.9	0	4.9	0	0	5.7	0	0

【0025】実施例4

実施例3で得た防炎加工布帛を、10%第4級アンモニウム塩系抗菌剤を10g/l含む抗菌処理液に浸漬した後、絞り率6.5%のマングルで絞り、120℃、3分間乾燥後、ピンチスターで180℃で2分間、乾熱処理した。この加工布帛の防炎性能の結果を表2に示した。

【0026】

【表2】

項目	防炎加工剤 添加割合 (%オウ)	初期			燃焼試験 (JIS L 1091 A-1 試験3回後)			燃焼試験 (JIS L 1091 A-1 試験5回後)			燃焼試験 (JIS L 1091 A-1 試験6回後)		
		燃化面積 (%)	燃炎 (秒)	残じん (%)	燃化面積 (%)	燃炎 (秒)	残じん (%)	燃化面積 (%)	燃炎 (秒)	残じん (%)	燃化面積 (%)	燃炎 (秒)	残じん (%)
防炎剤A	5	7.6	1.8	1.2	7.3	0	0	1.6	0.2	0	5.9	0.9	6.0
防炎剤A	10	6.7	0	0	4.9	0	0	1.2	1	0	2.9	2.9	2.9
防炎剤A	15	4.6	0	0	4.4	0	0	4.7	0	0	0	0	0
防炎剤B	5	7.5	0.9	0.9	6.8	0	0	1.7	0.8	0	6.1	1	6.1
防炎剤B	10	7.2	0.7	0.7	6.5	0	0	1.4	0.5	0	3.2	3.2	3.2
防炎剤B	15	6.6	0	0	4.9	0	0	7.3	0	0	0	0	0
防炎剤C	5	1.2	5	2.8	2.8	0	0	1.9	9	0	6.7	6.7	6.7
防炎剤C	10	7.5	2.1	2.1	6.9	0	0	1.8	6	0	5.8	5.8	5.8
防炎剤C	15	7.3	0.8	0.8	6.9	0	0	1.6	3	0	3.3	3.3	3.3
防炎剤D	5	7.3	4.2	4.2	6.9	0	0.2	2.0	7	0	5.5	5.5	5.5
防炎剤D	10	6.7	2.9	2.9	6.4	0	0	1.6	3	0	3.9	3.9	3.9
防炎剤D	15	6.9	0	0	6.6	0	0	7.9	0	0	3.4	3.4	3.4
防炎剤E	5	1.3	1	3.6	3.6	0	0	2.3	5	0	6.4	6.4	6.4
防炎剤E	10	5.9	1.4	1.4	5.1	0	0	1.9	2	0	1.1	1.1	1.1
防炎剤E	15	6.2	0	0	4.8	0	0	1.6	5	0	8.8	8.8	8.8

【0027】実施例5

実施例3で得た防炎加工布帛を、20%金属酸化物系消臭加工剤液を10g/1含む抗菌処理液に浸漬した後、絞り率65%のマングルで絞り、120℃、3分間乾燥後、ピンテンターで180℃で2分間、乾熱処理した。この加工布帛の防炎性能の結果を表3に示した。

【0028】

フロントページの続き

(72)発明者 齋藤 公一

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株
式会社滋賀事業場内

7

10

20

30

【表3】

項目	防炎加工剤 添加割合 (%オウ)	初期			燃焼試験 (JIS L 1091 A-1 試験3回後)			燃焼試験 (JIS L 1091 A-1 試験5回後)			燃焼試験 (JIS L 1091 A-1 試験6回後)		
		燃化面積 (%)	燃炎 (秒)	残じん (%)	燃化面積 (%)	燃炎 (秒)	残じん (%)	燃化面積 (%)	燃炎 (秒)	残じん (%)	燃化面積 (%)	燃炎 (秒)	残じん (%)
防炎剤A	5	5.0	0	4.8	0	0	0	6.6	0.6	3.6	3.6	3.6	3.6
防炎剤A	10	4.9	0	4.7	0	0	0	4.8	0	0	0	0	0
防炎剤A	15	4.9	0	4.4	0	0	0	4.7	0	0	0	0	0
防炎剤B	5	5.6	0	5.3	0	0	0	9.8	4.8	4.8	4.8	4.8	4.8
防炎剤B	10	5.2	0	4.9	0	0	0	4.9	0	0	0	0	0
防炎剤B	15	4.8	0	4.9	0	0	0	4.9	0	0	0	0	0
防炎剤C	5	9.9	5.2	5.2	7.7	1.9	1.9	2.1	1	8.3	8.3	8.3	8.3
防炎剤C	10	7.4	2.3	2.3	7.5	0	0	1.3	6	5.5	5.5	5.5	5.5
防炎剤C	15	4.9	0	0	4.9	0	0	5.4	3.4	3.4	3.4	3.4	3.4
防炎剤D	5	6.7	0	6.4	0	0	0	4.6	2	2.7	2.7	2.7	2.7
防炎剤D	10	5.9	0	5.8	0	0	0	1.0	6	3.6	3.6	3.6	3.6
防炎剤D	15	6.3	0	6.2	0	0	0	7.9	1	3.1	3.1	3.1	3.1
防炎剤E	5	1.9	1.1	1.3	11.3	7.2	2.3	2.3	4	7.8	7.8	7.8	7.8
防炎剤E	10	1.6	2	6.2	6.2	0	0	1.2	6	5.1	5.1	5.1	5.1
防炎剤E	15	6.3	0	6.0	0	0	0	10.6	3.8	3.8	3.8	3.8	3.8

8

【0029】

【発明の効果】本発明によれば、合成繊維および合成樹脂製品に優れた防炎性能を付与することができる上に、多機能性能を同時に、経済的に、かつ、効率的に付与することができる。

40

(72)発明者 山藤 正紀
滋賀県大津市月輪4丁目3番7号